

## 多孔質セラミックスの破壊靱性評価\*

坂井田 喜久\*<sup>1</sup>, 田中 啓介\*<sup>2</sup>

## Evaluation of Fracture Toughness of Porous Ceramics

Yoshihisa SAKAIDA\*<sup>3</sup> and Keisuke TANAKA<sup>3</sup> Department of Mechanical Engineering, Shizuoka University,  
3-5-1 Johoku, Hamamatsu shi, Shizuoka, 432-8561 Japan

The indentation fracture (IF) method, the single-edge precracked beam (SEPB) method, and the single-edge V-notched beam (SEVNB) method were applied to evaluate the fracture toughness of four kind of porous ceramics of SiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Mg<sub>2</sub>Al<sub>4</sub>Si<sub>5</sub>O<sub>18</sub> with porosity ranging from 37 to 43%. The microstructures of these materials were composed of ceramics grains, glassy grain boundaries and pores. Each grain was joined together with the glassy grain boundary phase. The IF and SEPB methods were not applicable because both precracks and indenter traces were not visible. On the other hand, the SEVNB method was applicable because the V-notch could be easily machined by grinding. In the case of the SEVNB method, the applied load versus back-face strain plots under four point bending showed nonlinearity prior to the maximum load. The *R*-curve behavior was estimated from the compliance change of specimens. The fracture toughness of porous ceramics was smaller than that of dense ceramics, and increased with increasing crack extension. Since the stable crack predominantly propagated along glassy grain boundaries, the *R*-curve behavior depended on the loading rate and matrix grain size. The increment of *R*-curve by grain bridging got bigger for coarser-grain sized ceramics.

**Key Words**: Porous Ceramics, Fracture Toughness, Indentation Fracture Method, Single-edge Precracked Beam Method, Single-Edge V-Notched Beam Method, *R*-curve Behavior

## 1. 緒言

近年, 気孔率40%程度の多孔質セラミックスが高温タービン用の脱塵フィルタ<sup>(1)(2)</sup>として注目されている。しかし, 多孔質セラミックスの機械的性質や破壊挙動に対する研究例はほとんどない<sup>(3)(4)</sup>。そこで, 本研究では, 気孔率が37~43%の代表的な多孔質セラミックスを用いて, ち密なセラミックスに用いられている破壊靱性試験法 [IF(Indentation Fracture)法, SEPB(Single-Edge Precracked Beam)法, SEVNB(Single-Edge V-Notched Beam)法<sup>(5)</sup>]が多孔質セラミックスに適用できるか検討した。次に, SEVNB試験片の背面ひずみを用いたコンプライアンス法<sup>(3)</sup>により, 多孔質セラミックスの*R*曲線挙動を測定し, 多孔質セラミックスの微構造が破壊特性に及ぼす影響について検討した。

## 2. 実験方法

**2.1 供試材料** 供試材は, 炭化けい素<sup>(4)</sup>(KD-DSL T 10-20, シューマツハ製), 2種類のアルミナ(FA 10とFA 4, 京セラ製), コーディエライト(京セラ製)の合計4種類で, 以下, 略してSiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(A), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(B), Mg<sub>2</sub>Al<sub>4</sub>Si<sub>5</sub>O<sub>18</sub>と称す。表1に各供試材の平均気孔径, 気孔率, 密度および平均曲げ強度を示す。また, 図1は, 走査型電子顕微鏡による供試材の微構造写真を示す。気孔率は40%前後ではほぼ等しいが, 母相のセラミックス粒子の形態によって微構造が大きく異なっている。図2は, 母相粒子を球形近似したときの粒径分布を示す。SiCの微構造は平均粒径192μmのSiC粒子で構成される。また, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(A)とAl<sub>2</sub>

Table 1 Properties of porous ceramics

	Mean pore size (μm)	Porosity (%)	Density (g/cm <sup>3</sup> )	Bending strength (MPa)
SiC	41	37	1.96	11.1
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (A)	1.3	43	2.26	30.3
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (B)	18	38	2.39	30.0
Mg <sub>2</sub> Al <sub>4</sub> Si <sub>5</sub> O <sub>18</sub>	25	43	1.61	13.0

\* 原稿受付 2000年12月14日。

\*<sup>1</sup> 正員, 静岡大学工学部機械工学科(☎432-8561 浜松市城比3-5-1)(元: ファインセラミックス技術研究組合 シナジーセラミックス研究所)。\*<sup>2</sup> 正員, 名古屋大学大学院工学研究科(☎464-8603 名古屋市中種区不老町)。

E-mail: tysakai@ipc.shizuoka.ac.jp

$\text{O}_3(\text{B})$ は、平均粒径  $4.7\mu\text{m}$  と  $72\mu\text{m}$  の  $\text{Al}_2\text{O}_3$  粒子でそれぞれ構成される。一方、 $\text{Mg}_2\text{Al}_4\text{Si}_5\text{O}_{18}$  は、粒径約  $1\mu\text{m}$  の微細な一次粒子と平均粒径  $143\mu\text{m}$  の二次粒子が混在した状態で構成され、一次粒子間の気孔径は約  $3\mu\text{m}$  で、表 1 に示した気孔径は二次粒子間の空げきを反映している。なお、いずれの供試材も粒子間はガラス相<sup>(4)</sup> でつなぎ留められ、結合は非常に弱い。

**2.2 試験片および破壊靱性試験方法** 破壊靱性試験は、IF 法、SEPB 法と SEVNB 法の三つの試験方法により行った。IF 法と SEPB 法には、JIS R 1607 に準拠して幅  $3\text{mm}$ 、厚さ  $4\text{mm}$ 、長さ  $40\text{mm}$  の曲げ試験片を用いた。IF 法は、ダイヤモンド遊離

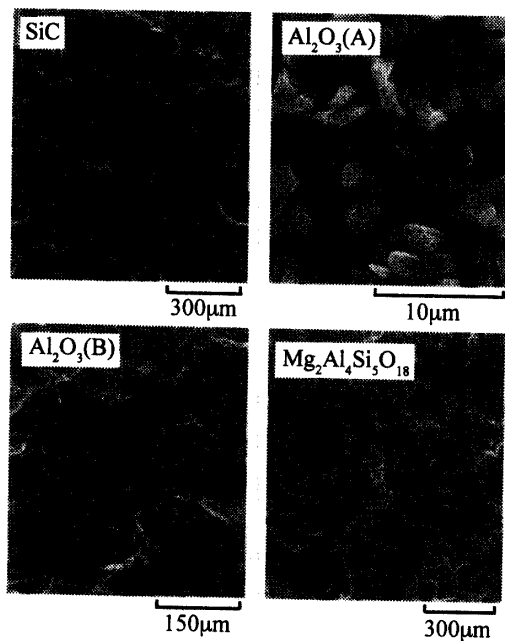


Fig. 1 Microstructures of porous ceramics

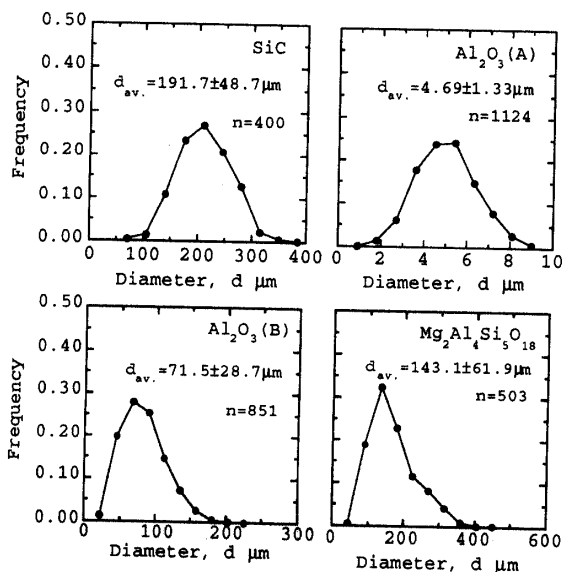


Fig. 2 Distribution in grain diameter of porous ceramics

砥粒を用いて測定面が極力鏡面になるようにポリッシング加工を施した後、ビッカース圧子を圧入した。また、SEPB 法は、試験片中央に押し込み荷重  $98\text{N}$  のビッカース圧子を 3 個圧入した後、AE センサを取付けた状態で、BI (Bridge Indentation) 法によるき裂導入試験を行った。

SEVNB 法には、幅  $5\text{mm}$ 、厚さ  $7\text{mm}$ 、長さ  $45\text{mm}$  の曲げ試験片を用い、試験片中央に V 切欠きを機械加工した。切欠深さは  $0.67\sim 4.93\text{mm}$  とした。図 3 には SiC の切欠きを示す。V 切欠先端の曲率半径は約  $20\mu\text{m}$  である。SEVNB 法は、上スパン  $20\text{mm}$ 、下スパン  $40\text{mm}$  の常温四点曲げにより行った。実験は、図 4 に示すように、試験片の切欠背面にひずみゲージを貼付けた状態で、大気中または水中で行い、試験中の曲げ荷重と背面ひずみを測定した。なお、試験時のクロスヘッド速度 CHS は、 $0.005\text{mm}/\text{min} \leq \text{CHS} \leq 0.5\text{mm}/\text{min}$  の範囲で変化させた。

### 3. 実験結果および考察

**3.1 IF 法による試験結果** 供試材の中で平均気孔径が最大と最小の SiC と  $\text{Al}_2\text{O}_3(\text{A})$  を用いて、IF 法による破壊靱性試験を行った。

まず、SiC に押し込み荷重  $P=9.8\text{N}$  と  $4.9\text{N}$  のビッカース圧子を圧入した。その結果、圧入領域では、気孔が押し潰されて SiC 粒子は大きく陥没し、圧痕やき裂を判別できなかった。そこで、押し込み荷重を小さくして SiC 粒子に圧子を圧入し、母相粒子の破壊靱性値が測定できないか検討した。 $P=2.9\text{N}$  の結果を図 5

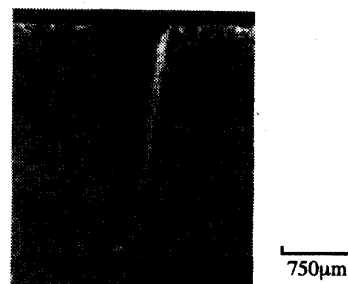


Fig. 3 V-notch in SEVNB specimen of porous SiC

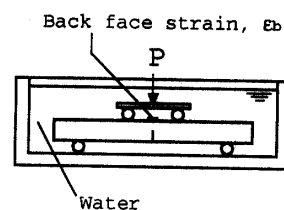


Fig. 4 Schema of SEVNB method in water

に示す。走査型電子顕微鏡により圧痕形状は測定できるが、き裂は観察できなかった。また、母相粒子の破壊靱性値を求めるには圧痕四隅に発生するき裂長さを測定する必要があるが、き裂長さを測定できたとしても表面下の粒子形状が不明であり、き裂形状を特定できないため、破壊靱性値を評価できない。

次に、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ (A)に押し込み荷重  $P=98\text{ N}$  と  $9.8\text{ N}$  のビッカース圧子を圧入した。図6は  $P=98\text{ N}$  における圧痕周辺の電子顕微鏡写真を示す。炭化けい素と比較すると圧痕形状は測定できるが、圧痕四隅(図6の領域A参照)のき裂は判別できない。また、図7は、押し込み荷重  $P=9.8\text{ N}$  における圧痕周辺の電子顕微鏡写真を示す。押し込み荷重を小さくした条件においても、き裂は判別できなかった。

以上のことから、多孔質セラミックスでは、IF法に

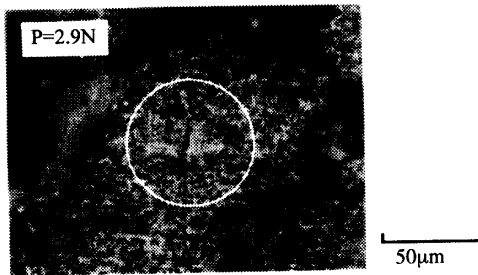


Fig. 5 Micrograph of Vickers indent in porous SiC

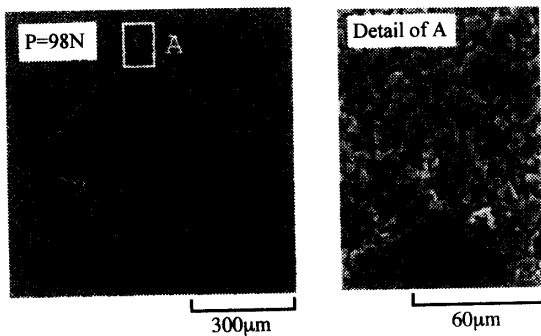


Fig. 6 Micrograph of Vickers indent in porous  $\text{Al}_2\text{O}_3$ (A)

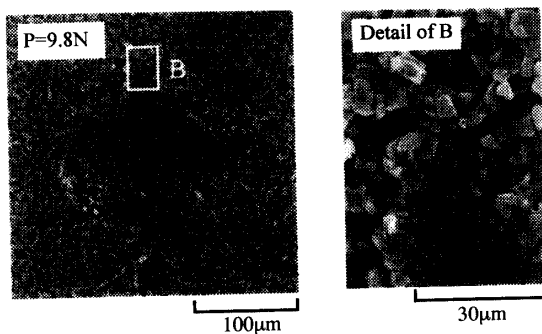


Fig. 7 Micrograph of Vickers indent in porous  $\text{Al}_2\text{O}_3$ (A)

よる破壊靱性評価は困難であることがわかった。

**3.2 SEPB法による試験結果** SEPB法では、機械加工した貫通切欠き、または、圧痕き裂をスタートとして、BI法によりポップインき裂を導入して破壊靱性試験を行う。よって、ポップインき裂の導入と予き裂長さの測定が破壊靱性評価の鍵となる。

まず、気孔径が最大のSiCについて検討した。SiCの平均気孔径は  $41\text{ }\mu\text{m}$  と非常に大きく、染料を染み込ませると毛細管現象によって試験片全体が染色された。よって、SiCでは予き裂のみ染色することはできない。

次に、気孔径が最小の $\text{Al}_2\text{O}_3$ (A)を用いてBI法による予き裂導入試験を行った。AEのイベントレベルは非常に低く、試験荷重を変化させてもポップイン信号は検知されず、試験片側面からポップインき裂は判別できなかった。そこで、一定レベルまで圧縮荷重を負荷した後、試験片側面から染料を染み込ませた。その結果を図8に示す。 $\text{Al}_2\text{O}_3$ (A)の平均気孔径は  $1.3\text{ }\mu\text{m}$  と非常に小さいが、SiCと同様に試験片全体にわたって染料が浸透し、予き裂の有無やき裂長さを測定できなかった。

以上のことから、多孔質セラミックスでは、SEPB法による破壊靱性評価も困難であることがわかった。

**3.3 SEVNB法による試験結果** SEVNB法は、IF法やSEPB法と異なり、図3で示したような切欠きが機械加工できれば予き裂として代用できる。また、切欠深さは万能投影機等で容易に測定できる。よって、本供試材のように気孔率が比較的高く、かつ、破壊強度の低い多孔質セラミックスに対しても破壊靱性試験が実施できる可能性は高い。

図9と図10は、SiCに対してSEVNB法による破壊靱性試験を行ったときの代表的な荷重-変位線図と荷重-背面ひずみ線図を示す。SiCの両線図は最大荷重に達する前に非線形を示し、最大荷重に達しても不安定破壊しなかった。同材の破壊靱性試験では、宋ら<sup>(6)</sup>の報告にあるように最大荷重に達する前に切欠先端から微視き裂が発生して安定成長するため、荷重-背面ひずみ線図が非線形となると考えられる。また、試験が終了して圧縮側面までき裂が進展しても試験片は分離せず、破面はかみ合ったままであった。



Fig. 8 Appearance of the SEPB specimen stained with red ink

図11(a)は試験終了後の試験片側面の走査型電子顕微鏡写真を示す。切欠先端から発生したき裂は母相のSiC粒子の界面に沿って進展し、き裂面が粒子架橋している。また、図11(b)は試験片を強制的に分離したときの切欠先端近傍の破面を示す。粒内破壊した粒子は認められず、SiC粒子間をつなぎ留めているガラス相が選択的に破壊して破面を形成していることがわかる。

ち密セラミックスでは、切欠先端からき裂が安定成長するときの破壊靱性評価は、光学顕微鏡によるき裂縁の直接観察によってR曲線として評価できる<sup>(7)(8)</sup>。

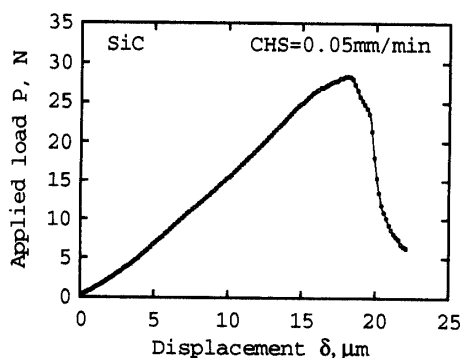


Fig. 9 Applied load vs. displacement relation for SiC

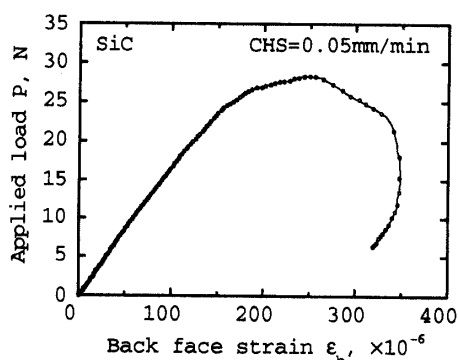


Fig. 10 Applied load vs. back-face strain relation for SiC

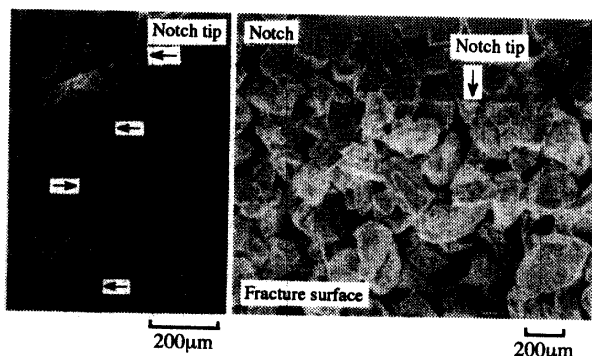


Fig. 11 Fracture surface of porous SiC

しかし、多孔質セラミックスは、気孔率が高いため、試験片側面からき裂縁を直接観察するのは難しい。そこで、本研究では背面ひずみを用いたコンプライアンス法<sup>(3)(7)</sup>によりき裂進展量を求め、R曲線を評価した。詳細は付録に述べる。

### 3.4 供試材のR曲線挙動

3.4.1 多孔質炭化けい素のR曲線 図12は、切欠深さの試験片厚さの比  $a_0/W$  が0.41の切欠試験片に対して大気中、負荷速度0.5 mm/minの試験結果から得られたSiCのR曲線挙動と最大荷重点の応力拡大係数  $K_{app}$  を示す。試験片ごとのR曲線はほぼ重なり、最大荷重点で  $K_{app}$  と接する応力拡大係数  $K_R$  の平均値は、 $0.55 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  となった。この値は、ち密な炭化けい素の破壊靱性値に比べると非常に小さいが、 $K_R-\Delta a$  関係は上昇型のR曲線挙動を示し、最大荷重に達するまでのき裂進展量は平均して0.69 mmとなった。次に、図13は、破壊靱性試験の負荷速度に対するR曲線の変化を示す。き裂進展開始点の  $K_R$  値と最大荷重点に達するまでのき裂進展量はほぼ等しいが、負荷速度が遅い条件では  $\Delta a$  に対する  $K_R$  の上昇が低い。前述のように、多孔質炭化けい素の破壊は

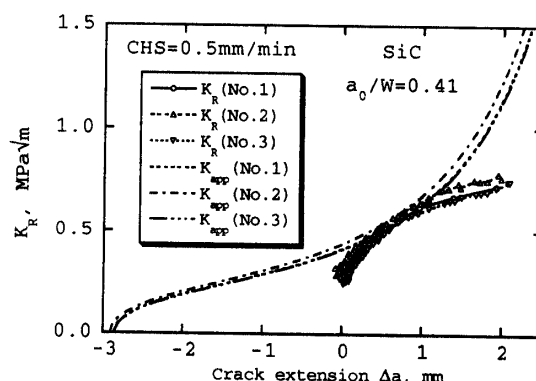


Fig. 12 R-curve behavior for porous SiC

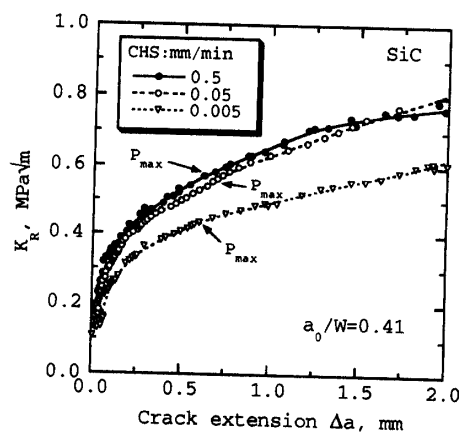


Fig. 13 R-curve behavior for porous SiC under several crosshead speed

SiC 粒子間のガラス相の破壊に支配されるので、 $R$  曲線の負荷速度依存性はガラス相の応力腐食割れ(以下、SCC と称す)と密接な関係がある。

そこで次に、いちばん遅い負荷速度 0.005 mm/min で水中での破壊靱性試験を行い、大気中の  $R$  曲線と比較した。その結果を図 14 に示す。水中での  $R$  曲線は、同じ負荷速度の大気中の結果とほぼ重なった。また、図 15 は、最大荷重点における  $K_R$  値と負荷速度  $CHS$  の関係を示す。 $CHS \geq 0.05$  mm/min ではほぼ一定の  $K_R$  値を示すが、 $CHS = 0.005$  mm/min では負荷中の SCC の影響を受けてき裂進展速度は増加し、 $K_R$  の上昇は小さくなる傾向がある。なお、SiC 粒子間のガラス相は気孔を介して常に大気にさらされ、ガラス相表面には既に水分が吸着しているため、水中での  $R$  曲線は大気中の結果とほぼ重なったと考えられる。しかし、 $R$  曲線はガラス相の SCC の影響に左右されるので、破壊靱性試験の負荷速度には十分に注意する必要がある。なお、以下の試験はすべて大気中、 $CHS = 0.05$  mm/min の一定条件で行った。

**3・4・2 多孔質アルミナ(A)の  $R$  曲線** 図 16 は、気孔径と粒子径がともに小さい  $Al_2O_3(A)$  の荷重-背面ひずみ線図を示す。図 16 には切欠深さ  $a_0$  の異なる

試験片の結果をあわせて示した。炭化けい素と同様に、最大荷重に達する前に非線形を示すが、コンプライアンスの変化はわずかで、最大荷重到達後すぐに不安定破壊する傾向がある。

図 17 は、荷重-背面ひずみ線図から求めた  $R$  曲線挙動と最大荷重点の応力拡大係数  $K_{app}$  を示す。切欠深さ  $a_0$  によってコンプライアンス  $\lambda$  とその変化は異なるが、 $R$  曲線はほぼ一致した。最大荷重点で  $K_{app}$  と接する  $K_R$  の平均値は  $0.52 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  であり、多孔質炭化けい素と同様に、ち密なアルミナの破壊靱性値

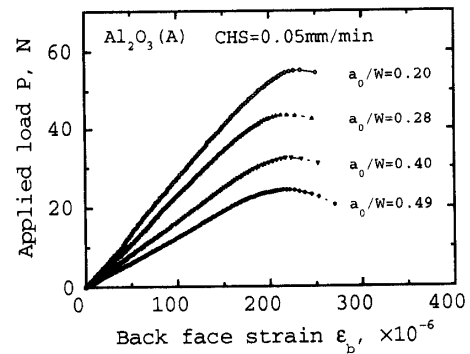


Fig. 16 Applied load vs. back face strain relation of  $Al_2O_3(A)$

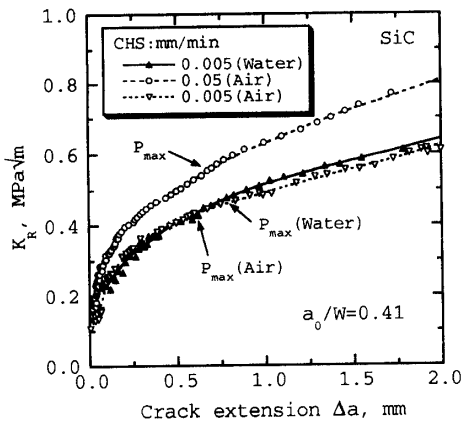


Fig. 14  $R$ -curve behavior for porous SiC in water

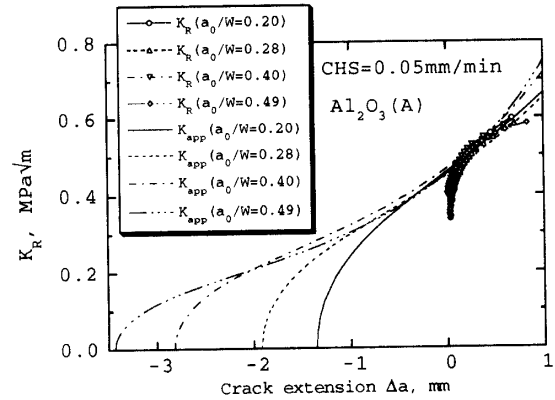


Fig. 17  $R$ -curve behavior for porous  $Al_2O_3(A)$

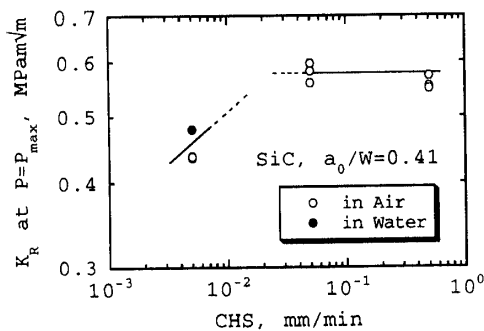
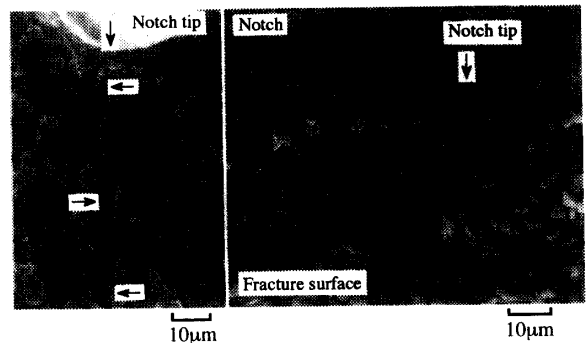


Fig. 15 Relation between  $K_R$  and crosshead speed



(a) Crack path (b) Fracture surface near the notch tip

Fig. 18 Fracture surface of porous  $Al_2O_3(A)$

に比べると非常に小さいが、 $K_R-\Delta a$  関係は上昇型の  $R$  曲線挙動を示した。また、最大荷重に達するまでのき裂進展量は  $0.24\sim 0.45$  mm で、平均値は  $0.32$  mm であった。

図 18 は、試験後の切欠近傍側面と破面の走査型電子顕微鏡写真を示す。切欠先端から発生したき裂は巨視的にはほぼ直線的に進展するが、母相の  $\text{Al}_2\text{O}_3$  粒子界面に沿って進展している。また、切欠先端近傍の破面はすべて粒界破壊であり、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  粒子間をつなぎ留めているガラス相の破壊により破面が形成されていることわかる。ただし、母相の  $\text{Al}_2\text{O}_3$  粒子自体の粒径が  $4.7\ \mu\text{m}$  と非常に小さいので、粒子架橋によるき裂先端の応力遮へい効果は相対的に小さいと考えられる。

**3・4・3 多孔質アルミナ(B)の  $R$  曲線** 図 19 は、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  (B) の荷重-背面ひずみ線図を  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (A) の結果と比較して示す。 $\text{Al}_2\text{O}_3$  (B) の荷重-背面ひずみ線図は、最大荷重に達する前に非線形性を示し、最大荷重到達後もすぐに不安定破壊しなかった。 $\text{Al}_2\text{O}_3$  (B) の平均粒径は  $72\ \mu\text{m}$  で、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  (A) の粒径の約 15 倍と非常に大きい。また、気孔率は 38% で、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  (A) より若干低い(表 1 参照)ため、き裂進展前のコンプライアンス  $\lambda_0$  は約 0.8 倍と小さいが、最大荷重は約 1.8 倍と大きい値を示した。

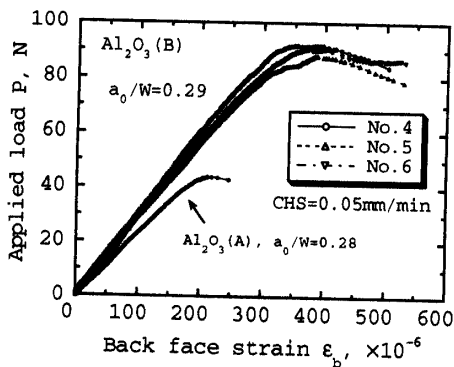


Fig. 19 Applied load vs. back-face strain relation of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (B)

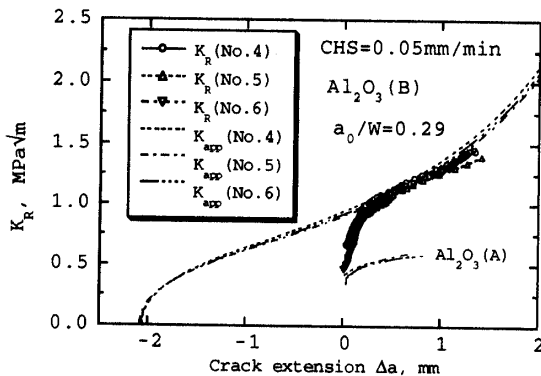
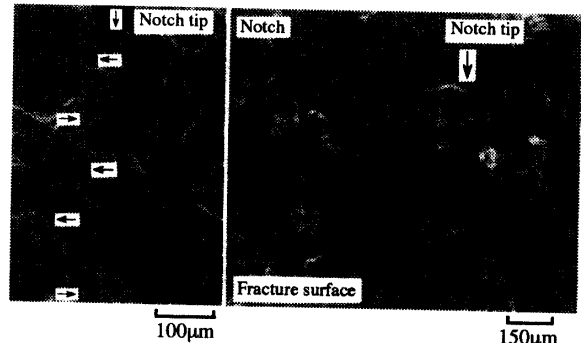


Fig. 20  $R$ -curve behavior for porous  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (B)

図 20 は、荷重-背面ひずみ線図から求めた  $R$  曲線挙動と最大荷重の応力拡大係数  $K_{app}$  を示す。なお、図 20 には  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (A) の  $R$  曲線をあわせて示した。試験片ごとの  $R$  曲線はほぼ重なり、 $K_R-\Delta a$  関係は上昇型の  $R$  曲線挙動を示した。 $\text{Al}_2\text{O}_3$  (B) の  $R$  曲線は、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  (A) と比べるとき裂進展開始点の  $K_R$  値はほぼ等しいが、最大荷重点で  $K_{app}$  と接する  $K_R$  値やき裂進展量の平均値はそれぞれ  $1.15\ \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  と  $0.59$  mm であり、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  (A) に比べて  $\Delta a$  に対する  $K_R$  の上昇が大きいことがわかる。

図 21 は、試験後の切欠近傍側面と破面の電子顕微鏡写真を示す。切欠先端から発生したき裂は  $\text{Al}_2\text{O}_3$  粒子界面に沿って進展し、SiC の場合のようにき裂面が粒子架橋して  $R$  曲線の上昇に寄与していることがわかる。なお、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  (B) の粒子や気孔の形態は  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (A) とは大きく異なるが、破面はほぼ粒界破壊により形成されている。

**3・4・4 多孔質コーディエライトの  $R$  曲線** 図 22 は、 $\text{Mg}_2\text{Al}_4\text{Si}_5\text{O}_{18}$  の荷重-背面ひずみ線図を示す。 $\text{Mg}_2\text{Al}_4\text{Si}_5\text{O}_{18}$  の二次粒子の平均粒径と気孔径はそれぞれ  $143\ \mu\text{m}$  と  $25\ \mu\text{m}$  であり、供試材の中では SiC に次いで大きい。よって、荷重-背面ひずみ線図は、SiC



(a) Crack path (b) Fracture surface near the notch tip

Fig. 21 Fracture surface of porous  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (B)

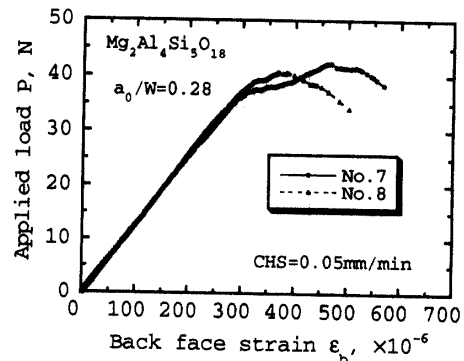


Fig. 22 Applied load vs. back-face strain relation of  $\text{Mg}_2\text{Al}_4\text{Si}_5\text{O}_{18}$

と同様に、最大荷重に達する前に非線形性を示し、かつ、最大荷重到達後もすぐに不安定破壊しなかった。

図23は、荷重-背面ひずみ線図から求めた  $R$  曲線挙動と最大荷重点の応力拡大係数  $K_{app}$  を示す。他の多孔体と同様に、 $K_R$ - $\Delta a$  関係は上昇型の  $R$  曲線挙動を示し、最大荷重点で  $K_{app}$  と接する  $K_R$  値とき裂進展量の平均値はそれぞれ  $0.56 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  と  $0.55 \text{ mm}$  であった。

図24は、試験後の切欠近傍側面と破面の電子顕微鏡写真を示す。切欠先端から発生したき裂は  $\text{Mg}_2\text{Al}_4\text{Si}_5\text{O}_{18}$  の二次粒子界面に沿って進展し、き裂面が粒子架橋して  $R$  曲線の上昇に寄与していることがわかる。なお、 $\text{Mg}_2\text{Al}_4\text{Si}_5\text{O}_{18}$  では、前述のように、多孔体の気孔は二次粒子間の空げきにより形成されており、二次粒子間界面の結合力は非常に弱い。よって、破面はほぼ二次粒子間の界面破壊が支配的であるが、二次粒子自身の強度も弱いため、粒内破壊している粒子も若干観察された。

以上のことから、SEVNB法による破壊靱性試験法では、荷重-背面ひずみ線図を用いたコンプライアンス法により多孔質セラミックスの  $R$  曲線が評価できることがわかった。

### 3.5 微構造の $R$ 曲線に及ぼす影響 図25は最

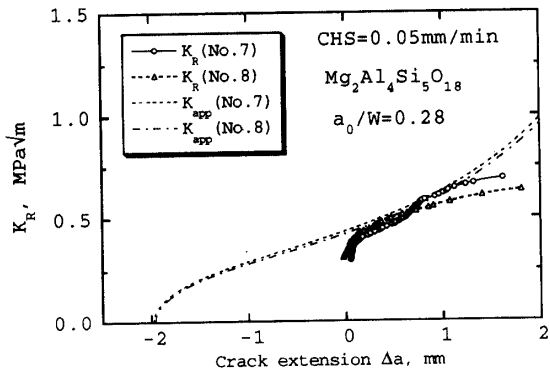
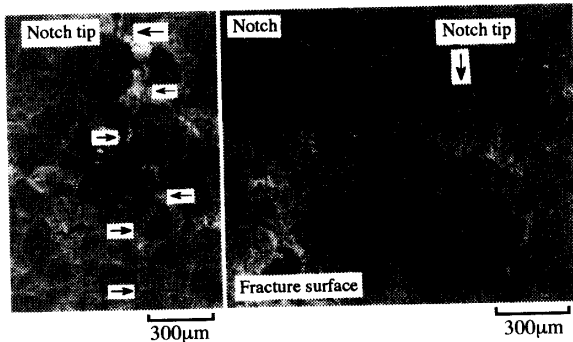


Fig. 23  $R$ -curve behavior for porous  $\text{Mg}_2\text{Al}_4\text{Si}_5\text{O}_{18}$



(a) Crack path (b) Fracture surface near the notch tip

Fig. 24 Fracture surface of porous  $\text{Mg}_2\text{Al}_4\text{Si}_5\text{O}_{18}$

大荷重に達するまでのき裂進展量と平均粒径の関係を示す。最大荷重点に達するまでのき裂進展量は、母相粒子径の最も小さい  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (A) が  $0.24 \sim 0.45 \text{ mm}$  と非常に小さく、ほぼ脆性的に破壊しているのに対して、それ以外は  $0.55 \sim 0.69 \text{ mm}$  と若干大きく、き裂は安定成長して不安定破壊し難い。多孔質セラミックスの破壊は強度の弱い粒界のガラス相の破壊により進行するが、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  (A) のように母相粒子の粒径が小さいとき裂はほぼ直線的に進展し、 $R$  曲線の上昇にあまり寄与しない。一方、 $\text{SiC}$  や  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (B)、 $\text{Mg}_2\text{Al}_4\text{Si}_5\text{O}_{18}$  のように母相粒子の粒径が大きいとき裂は粒子を迂回してき裂後縁が粒子架橋し、き裂の進展に伴い  $R$  曲線が上昇する。以上のことから、多孔質セラミックスでは母相粒子間の結合が非常に弱いため、破壊の初期段階では粒界のガラス相が破壊してき裂は容易に安定成長するが、き裂進展開始後の  $R$  曲線挙動は母相粒子の粒径に大きく依存し、粒径が大きいほど粒子架橋によって  $R$  曲線は上昇する傾向にあることがわかった。

なお、本研究で求めた供試材の  $R$  曲線は、1本のき裂が直線的に進展すると仮定して背面ひずみによるコンプライアンスの変化からき裂進展量を推定したものであり、母相粒子の粒径が大きくてき裂が迂回した場合は実際のき裂進展量とは異なる可能性がある。き裂の迂回やき裂後縁の粒子架橋がコンプライアンスと  $R$  曲線に及ぼす影響については今後の課題である。

## 4. 結 言

多孔質セラミックスの破壊靱性試験法について検討し、4種類の多孔質セラミックスの  $R$  曲線挙動を評価した結果、次のようなことが明らかとなった。

(1) 多孔質セラミックスに圧痕き裂やポップインき裂を導入することは困難であり、IF法やSEPB法による破壊靱性試験は適用できない。

(2) SEVNB法による破壊靱性試験法では、荷重-

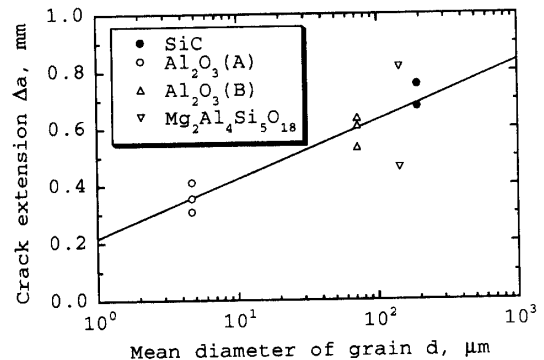


Fig. 25 Relationship between crack extension  $\Delta a$  and grain diameter  $d$  for porous ceramics

背面ひずみ線図を用いたコンプライアンス法により  $R$  曲線挙動が評価できる。

(3) 多孔質セラミックスでは、最大荷重点の  $K_R$  値はち密なセラミックスの破壊靱性値に比べて非常に小さいが、上昇型の  $R$  曲線挙動を示す。

(4) 多孔質セラミックスの破壊は母相粒子間をつなぎ留めているガラス相の破壊に支配されるので、破壊靱性試験の負荷速度が遅いほど低い  $K_R$  値で破壊が進行する。

(5) き裂進展開始後の  $R$  曲線挙動は母相粒子の粒径に大きく依存し、母相粒子の粒径が大きいほどき裂後縁の粒子架橋によって  $R$  曲線は上昇する。

最後に、本研究は工業技術院産業科学技術研究開発制度「シナジーセラミックスの研究開発」の一環として NEDO の委託を受けて行われたものである。ここに謝意を表す。

付録 背面ひずみを用いた  
コンプライアンス法による  $R$  曲線の評価

いま、SEVNB 試験片の背面ひずみを  $\epsilon_b$  とし、次式で定義されるコンプライアンスを  $\lambda$  とする。

$$\lambda = \epsilon_b / P \dots\dots\dots (1)$$

なお、 $P$  は曲げ荷重である。ここで、任意のき裂長さ  $a$  に対する  $\lambda$  の関係が明らかになれば、コンプライアンス変化に対応したき裂進展量  $\Delta a$  を求めることができる。本研究では、田中ら<sup>(3)</sup> が有限要素法により求めた次式を用いた。

$$\lambda/\lambda_0 = 1.0007 + 0.04596\alpha + 3.4148\alpha^2 + 94.986\alpha^3 - 816.22\alpha^4 + 3433.3\alpha^5 - 8003\alpha^6 + 10740\alpha^7 - 7801.4\alpha^8 + 2451.2\alpha^9 \dots\dots (2)$$

ここで、 $\lambda_0$  はき裂のない試験片のコンプライアンスで

$$\lambda_0 = \frac{3(S_1 - S_2)}{2EBW^2} \dots\dots\dots (3)$$

である。また、 $a$  は無次元き裂長さで、 $a = a/W$  である。ただし、 $E$  はヤング率、 $B$  は試験片幅、 $W$  は試験片厚さ、 $S_1$  と  $S_2$  はそれぞれ下スパンと上スパンである。

図 26 は、式(2)の  $\lambda/\lambda_0$  と  $\alpha$  の関係を示す。なお、図 26 には、各供試材の荷重-背面ひずみ線図から求めた実験結果をあわせて示した。実験値は、有限要素法による解析結果と良い一致を示し、背面ひずみの変化からき裂進展量が求まることがわかる。

実験では、まず、試験片の切欠深さ  $a_0$  とき裂進展前の荷重-背面ひずみ線図の傾きから求めた  $\lambda$  を式(2)に代入して供試材の  $\lambda_0$  を求めた。次に、荷重-背面ひずみ線図から  $\lambda$  の変化を算出し、再度式(2)に代入して荷重  $P$  に対するき裂長さ  $a$  の変化を求めた。最後に、き裂長さ  $a$  における応力拡大係数  $K_R$  を次式<sup>(9)</sup>により求め、 $K_R$  とき裂進展量  $\Delta a (= a - a_0)$  の関係から  $R$  曲線挙動を評価した。

$$K_R = \frac{3P(S_1 - S_2)}{2BW^2} F(a) \sqrt{\pi a} \dots\dots\dots (4)$$

ここで、

$$F(a) = \sqrt{\frac{2}{\pi\alpha} \tan\left(\frac{\pi\alpha}{2}\right)} \frac{0.923 + 0.199\left(1 - \sin\frac{\pi\alpha}{2}\right)^4}{\cos\frac{\pi\alpha}{2}} \dots\dots\dots (5)$$

である。

なお、切欠きから発生したき裂は必ずしも直線的に進展しないが、ここでは 1 本のき裂が直線的に進展すると仮定し、コンプライアンスの変化はすべてき裂の安定成長によるものとした<sup>(3)</sup>。

文 献

- (1) 入門講座 “石炭利用複合発電 IGCC/PFBC”, 火力原子力発電, 49-1(1998), 103-127.
- (2) 石岡英和・大西隆・秋山寛・加藤誠・牧浦秀治, 火力原子力発電, 50-3(1999), 318-324.
- (3) 田中啓介・秋庭義明・野村隆・坂井田喜久, 機論, 65-640, A(1999), 2385-2392.
- (4) 坂井田喜久・田中啓介, 材料, 49-3(2000), 304-309.
- (5) 淡路英夫・渡部忠男・山田達也・坂井田喜久・田宮博道・中川平三郎, 機論, 56-525, A(1990), 1148-1153.
- (6) 宋東烈・武田展雄, 高効率発電用高温材料の信頼性向上に関する調査研究, 平成9年度報告書, (1998), 51-62.
- (7) 國尾武ほか3名編, 破壊力学実験法, (1990), 128, 朝倉書店.
- (8) Hiramatsu, K., Okada, A. and Usami, H. (Bray, D.編), Proc. 22nd Annual Conf. on Composites, Advanced Ceramics, Materials, and Structures, B, J. Am. Ceram. Soc., (1998), 335-340, Cocoa Beach.
- (9) Tada, H., Paris, P. C. and Irwin, G., The Stress Analysis of Crack Handbook, (1985), 2-14, Del Res. Corp.

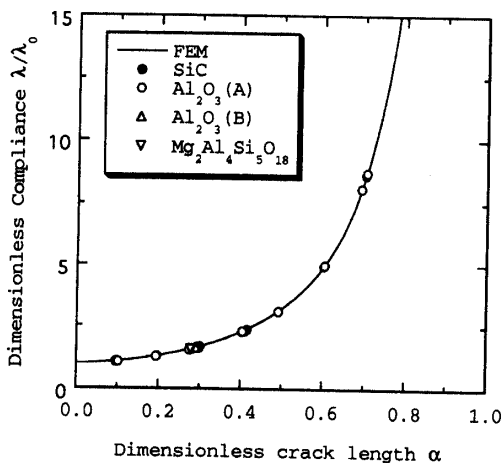


Fig. 26 Relationship between compliances and crack lengths for porous ceramics